

**IRON OXIDE FINE PARTICLE-DISPERSED FLAKY GLASS AND COSMETIC FORMULATED THEREWITH**

Publication number: JP7330361

Publication date: 1995-12-19

Inventor: DOSHITA KAZUHIRO; YOKOI KOJI; TAKEMURA KAZUO

Applicant: NIPPON SHEET GLASS CO LTD

Classification:

- International: A61K8/00; A61Q1/00; A61Q1/12; A61Q17/04; C03B37/005; C03C4/08; C03C14/00; C09K3/00; A61K8/00; A61Q1/00; A61Q1/12; A61Q17/04; C03B37/005; C03C4/00; C03C14/00; C09K3/00; (IPC1-7): C03B37/005; A61K7/42; C03C4/08; C09K3/00

- European:

Application number: JP19940125029 19940607

Priority number(s): JP19940125029 19940607

Report a data error here

**Abstract of JP7330361**

**PURPOSE:**To obtain the subject glass having high ultraviolet-screening ability and uniform colorability and also having high transparency for visible light, and to obtain a high-quality cosmetic formulated with this glass. **CONSTITUTION:**The objective smooth-surfaced flaky glass contains, so as to stand at 0.1-85wt.% in a dispersed state in the form of virtually isolated particles, iron oxide fine particles 1-300nm in diameter derived from hydroxyl-bearing colloid particles. The flaky glass has  $\geq 80\%$  transmittance for the visible light with wavelengths of 700-800nm and also ultraviolet-screening ability. Iron oxide fine particles 1-20nm in diameter may also be used, which is obtained by coating a base material with a solution containing a hydrolyzable organometallic compound capable of polycondensation and an iron compound followed by drying, peeling the resultant film which is then sintered.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-330361

(43) 公開日 平成7年(1995)12月19日

(51) Int.Cl.*	識別記号	庁内整理番号	P I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/005				
A 6 1 K 7/42				
C 0 3 C 4/08				
C 0 9 K 3/00	1 0 4	Z		

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平6-125029	(71) 出願人	000004008 日本板硝子株式会社 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
(22) 出願日	平成6年(1994)6月7日	(72) 発明者	堂下 和宏 大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本 板硝子株式会社内
		(72) 発明者	横井 浩司 大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本 板硝子株式会社内
		(72) 発明者	竹村 和夫 大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本 板硝子株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 大野 精市

(54) 【発明の名称】 酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラス及びそれを配合した化粧料

(57) 【要約】

【目的】 高い紫外線遮蔽能や均一着色性を有し、かつ可視光に対する透明性が高い、酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラス及びそれを配合した高品質な化粧料を提供するものである。

【構成】 水酸基を有するコロイド粒子から由来し、1～300nmの粒子径を有する酸化鉄微粒子を、0.1～85重量% になるように、凝集することなく実質的に単粒子の形で分散して含有したフレーク状ガラスにおいて、波長700～800nmの可視光に対する透過率が全域にわたって80% 以上であり、かつ紫外線遮蔽能を有する、表面が平滑な酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスである。また加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物と鉄化合物を含む溶液を基材に塗布、乾燥、剥離、および焼結して得られる、粒子直径が1～20nmの酸化鉄微粒子を用いることもできる。

(2)

特開平7-330381

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水酸基を有するコロイド粒子から由来し、1～300nmの粒子径を有する酸化鉄微粒子を、0.1～85重量% になるように、凝集することなく実質的に単粒子の形で分散して含有したフレック状ガラスにおいて、波長700～800nmの可視光に対する透過率が全域にわたって80%以上であり、かつ紫外線遮蔽能を有する、表面が平滑な酸化鉄微粒子分散フレック状ガラス。

【請求項2】 加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物と鉄化合物を含む溶液を基材に塗布、乾燥、剥離、および焼結して得られる、粒子直径が1～20nmの酸化鉄微粒子を、0.1～85重量% になるように、凝集することなく実質的に単粒子の形で分散して含有したフレック状シリカガラスであって、波長700～800nmの可視光に対する透過率が全域にわたって80%以上であり、かつ紫外線遮蔽能を有する、表面が平滑な酸化鉄微粒子分散フレック状シリカガラス。

【請求項3】 請求項1～2のいずれかに記載の酸化鉄微粒子分散フレック状ガラスを配合したことを特徴とする化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、酸化鉄微粒子分散フレック状ガラス、特に高い紫外線遮蔽能を有し、かつ可視光に対する透明性が高い紫外線遮蔽剤または着色剤に適用したフレック状ガラス及び化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】酸化鉄は、塗料、プラスチックフィルム、化粧料基材等に添加・配合され、紫外線遮蔽剤もしくは着色剤として利用されている。一般に、この用途に用いられる酸化鉄微粒子は、粉末状であり、媒体に均一分散させることが難しく、また一度分散させても、経時的に凝集し、だまになったり、むらになる問題点があった。特に、化粧料として多量配合した場合は、上記問題が顕著になり、さらに、すべりが悪くなって肌上での伸展性（のび）が悪くなるといった問題点があった。

【0003】上記問題点を解決するため、有機金属化合物を含みかつ微粒子を分散させた溶液を、基材上、好ましくは表面が平滑な基板の上に塗布し、乾燥して基材から剥離させた後、熱処理することを特徴とするフレック状ガラスの製造方法が開示されている（特開昭83-128818、特開平1-143821、特開平4-92832）。この方法に従い製造された、酸化鉄微粒子分散フレック状ガラスは、経時的に凝集することなく、のびも良いものの、微粒子分散が充分に行われず、可視光透明性や紫外線遮蔽効率が低い、等の難点があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の従来技術に鑑み、従来製造が難しかった、高い紫外線遮蔽能や

2

均一着色性を有し、かつ可視光に対する透明性が高い、酸化鉄微粒子分散フレック状ガラス及びそれを配合した高品質な化粧料を提供するものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本課題を解決するため、本発明者らは、加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物と水を含む溶液に、鉄分含有コロイドまたは鉄化合物を添加し、これを基材上、好ましくは表面が平滑な基板の上に塗布し、乾燥して基材から剥離させた後、熱処理すれば、簡単かつ効率的に、可視光透明性に優れた酸化鉄微粒子分散フレック状ガラスが製造できることを見だし、本発明に到った。

【0006】すなわち、第1の本発明は、水酸基を有するコロイド粒子から由来し、1～300nmの粒子径を有する酸化鉄微粒子を、0.1～85重量% になるように、凝集することなく実質的に単粒子の形で分散して含有したフレック状ガラスにおいて、波長700～800nmの可視光に対する透過率が全域にわたって80%以上であり、かつ紫外線遮蔽能を有する、表面が平滑な酸化鉄微粒子分散フレック状ガラスであり、また第2の本発明は加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物と鉄化合物を含む溶液を基材に塗布、乾燥、剥離、および焼結して得られる、粒子直径が1～20nmの酸化鉄微粒子を、0.1～85重量% になるように、凝集することなく実質的に単粒子の形で分散して含有したフレック状シリカガラスであって、波長700～800nmの可視光に対する透過率が全域にわたって80%以上であり、かつ紫外線遮蔽能を有する、表面が平滑な酸化鉄微粒子分散フレック状シリカガラスである。

【0007】本発明の酸化鉄微粒子分散フレック状ガラス中の酸化鉄微粒子径は、1nm以上、300nm以下である。1nmより小さいと微粒子による光散乱効果が小さくなり、紫外線遮蔽効果が低減する、着色の色調が良くない等の理由で好ましくない。また、300nmより大きいと、可視光に対する透明性が損なわれ、やはり好ましくない。

【0008】上記酸化鉄微粒子分散フレック状ガラス中の酸化鉄含有量は、0.1重量% 以上、85重量% 以下が良い。含有量が0.1重量% より少ないと、紫外線遮蔽効果が充分でなく、また色も薄いので好ましくない。含有量が85重量% より多いとガラス相が不連続になり、フレック状ガラスが脆くなる傾向があり、また可視光透明性も低くなるので好ましくない。より好ましい含有量が1～40重量% である。

【0009】上記フレック状ガラスの透過率は、屈折率1.3～1.6の何れかの媒質中に分散した時、波長700～800nmの可視光に対する透過率が全域にわたって80%以上である。ただし、ここで言う透過率はJISK0115の方法に従い、媒質のみの透過率を100%として、分光光度計により測定した値である。

(3)

特開平7-330361

3

4

【0010】本発明における酸化鉄微粒子は、水酸基を有するコロイド粒子から由来するものであるか、または加熱によりガラス中で析出した酸化鉄微粒子である。

【0011】上記酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスの製造方法は、特に限定されないが、まず、1) 加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物と水を含む溶液に、鉄分含有コロイドを添加し、これを基材上、好ましくは表面が平滑な基板の上に塗布し、乾燥して基材から剥離させた後、熱処理して製造する方法であり、ここで生じる酸化鉄微粒子は、水酸基を有するコロイド粒子から由来している。次の方法は、2) 加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物と水を含む溶液に、鉄のアルコキシド、アセチルアセトン塩、酢酸塩、硝酸塩、塩化物等の鉄化合物を添加し、これを基材上、好ましくは表面が平滑な基板の上に塗布し、乾燥して基材から剥離させた後、熱処理により酸化鉄微粒子をガラスマトリックス中に析出させる方法である。これらの方法が特に優れた特性を有する酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスを得ることができるので好ましい。

【0012】上記方法のうち、鉄分含有コロイドを添加する上記1)の方法では、上記コロイドが上記有機金属化合物と水を含む溶液中に、均一に分散するので、最終的に得られるフレーク状ガラス中の酸化鉄微粒子分散性が非常に高く、優れた特性を有するものが、簡単に製造できる。上記鉄分含有コロイドとしては、鉄を含有していれば特に限定されないが、酸化鉄コロイド、含水酸化鉄コロイド、水酸化鉄コロイド等が、上記溶液中での分散性が高く特に好ましく、1~300nmの粒子径、特に30~300nmの粒子径を有する酸化鉄微粒子がガラス中に分散される。

【0013】また、上記方法のうち、鉄化合物を添加する上記2)の方法では、熱処理によってガラスマトリックス中に、酸化鉄微粒子が析出するので、小さい粒径の酸化鉄分散ガラス、特に粒子直径が1~20nmの酸化鉄微粒子の均一分散が得られ、透明性が特に優れている。

【0014】本発明に用いる加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物は、加水分解、脱水縮合を行うものであれば基本的にはどんな化合物でも良いが、アルコキシ基を有する金属アルコキシドが好ましい。具体的には、Si、Ti、Al、Zr等のメトキシド、エトキシド、プロポキシド、ブトキシド等が、単体あるいは混合物として用いられる。

【0015】上記有機金属化合物を含む溶液の溶媒は、実質的に上記有機金属化合物を溶解すれば基本的に何でも良いが、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類が最も好ましい。

【0016】上記有機金属化合物の加水分解には水が必要である。これは、酸性、中性、塩基性の何れでも良いが、加水分解を促進するためには、塩酸、硝酸、硫酸等

で酸性にした水を用いるのが好ましい。酸の添加量は特に限定されないが、有機金属化合物に対してモル比で0.001~2が良い。添加量が、モル比で0.001より少ないと、有機金属化合物の加水分解の促進が充分でなく、またモル比で2より多くても、もはや加水分解促進の効果が向上せず、酸が過剰となり好ましくない。

【0017】また、この添加する水は、上記鉄含有コロイドの分散安定化のためにも必要である。水の添加量は、溶液の10重量%以上、80重量%以下が良い。ただしここで言う水分量は、上記コロイド中に含まれているものと、新たに添加する水の総計である。水添加量が、溶液の10重量%より少ないと、上記コロイドが安定に存在できなくなる傾向が強く、好ましくない。また、水添加量が、溶液の80重量%より多いと、溶液中の固形分換算濃度が低くなりすぎて、フレークの収率が低くなり、好ましくない。

【0018】その他、上記溶液の特性を変化させるために、有機増粘剤等を添加しても良い。しかし、この添加量が多いと、最終段階の加熱で炭化することがあるので、添加量は10重量%以下にとどめるべきである。

【0019】本発明で使用する基板は金属、ガラスあるいはプラスチック等の材質で、表面が平滑なものを用いる。このような基板に、上記の有機金属化合物を含む液体を塗布し、0.06~50ミクロンの薄い膜とする。この膜が乾燥すると収縮するが、基板は収縮しないので、膜に亀裂が発生し、フレーク状となる。基板と膜との剥離が起きるためには、基板と膜との間に強い結合等の相互作用が少ない状態が好ましい。

【0020】上記基板表面に膜を形成する技術は、公知の技術を用いればよく、例えば、上記の有機金属化合物を含む液体に基板を浸漬した後、引き上げる方法や、基板上に上記液体を滴下し、基板を高速で回転させる方法、基板上に上記液体を吹き付ける方法等が用いられる。

【0021】本発明で製造されるフレーク状ガラスの厚みは、溶液あるいは製膜条件等によって変化するが、概ね5ミクロンから0.05ミクロンの間である。5ミクロンより厚いと、製膜後の自由表面と基板付近との乾燥速度の差が大きくなりすぎ、基板に平行な方向での膜間剥離が発生するようになる。逆に0.05ミクロンより薄いと、基板と膜との付着力が大きくなりすぎ、膜が基板から剥離しなくなる。

【0022】熱処理に関しては、その方法に特に制限はない。焼結温度および時間は、マトリックスのゲルからガラスへの転移を確実にするような条件及び酸化鉄微粒子が安定に存在したり、析出したりする条件以上に加熱することが好ましく、通常は300~1200℃で10分間~5時間加熱する。使用する目的によっては、乾燥後の熱処理を行わなくてもよい場合がある。

【0023】本発明の酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラ

(4)

特開平7-330361

5

スを配合したことを特徴とする化粧料は、酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスの可視光透過性が高く、経時的な変化もないので、色むらがなく発色性の良い安定な製品となる。また、酸化鉄微粒子が均一に分散していることにより、紫外線遮断効果が良く、少量で高い紫外線遮断が可能である。さらに、酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスが、互いに凝集することもなく、その表面が平滑であり、良好なすべり性を示すことから、伸展性（のび）が良く、使用触感に優れた製品となる。

【0024】本発明で言う化粧料には、上記酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスの他、必要に応じ、通常用いられている顔料等を併用しても、何等差し支えない。例えば、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、黄色酸化鉄、黒色酸化鉄、弁柄、群青、紺青、酸化クロム、水酸化クロム等の無機顔料、蜜母チタン、オキシ塩化ビスマス等の真珠光沢顔料、タール色素、天然色素、シリカビーズ、ナイロン、アクリル等のプラスチックビーズ等の粉体、タルク、カオリン、マイカ、セリサイト、その他の雲母類、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム、クレイ類等が例示される。

【0025】上記酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスの配合量としては、その目的とする化粧料の種類により異なるが、顔料等の固体成分に対して1〜80重量%の範囲で用いられ、特に2〜50重量%の範囲が好ましい。これ以下の含有量では、紫外線遮断効果が顕著に発揮されない、発色が良くない等の問題点があり、逆に上限より多くのフレーク状ガラスを添加しても、紫外線遮断効果は上がらず、他の顔料成分が減少し、色調を整えたり、皮膚への付着性を上げることが困難になる。

【0026】また、本発明で用いる酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスの化粧料中での分散性を向上させたり、感触を良くするために、このフレーク状ガラスの表面処理を施して、改質することは何等差し支えない。例えば、メチルハイドロジェンポリシロキサン、反応性アルキルポリシロキサン、金属石鹸の他、水素添加レシチン、アシルアミノ酸、アシル化コラーゲンのアルミニウム、マグネシウム、カルシウム、チタン、亜鉛、ジルコニウム、鉄より選ばれた金属塩等の、いわゆる疎水化剤で表面処理を行うと、フレーク状ガラスの表面は親水性から疎水性に変わるため、化粧料の調合時に添加する油剤との馴染みが良くなり、感触の良い化粧料となる。

【0027】

【実施例】以下に実施例を示す。

実施例-1

0.35mol/lの硝酸鉄水溶液5000mlを加熱して沸騰させ、2規定の水酸化カリウム水溶液を滴下して、pHを7にした。室温に戻した後、生じた赤色沈殿物を分離、水洗し、150℃のオートクレーブ中で10時間養生した。これを、pHが9の水と、イオン交換水によって洗浄し、pHが2

6

の硝酸を含む水で希釈して、約20重量%のヘマタイト（ $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）コロイドを得た。動的光散乱法で、コロイドの粒子径を測定したところ、平均粒子径は約110nmであった。

【0028】このヘマタイトコロイド2000ml、シリコンテトラメトキシド2200ml、エタノール1000ml、2-プロパノール1000mlを混合し、40℃で約60時間養生して塗布液とした。この液に、表面を研磨して平滑にした厚さ0.5ミリのステンレス板を浸漬して、30cm/minの速度で引き上げその表面に液を塗布した。これを150℃で乾燥して、塗布されたゲル膜を剥離し、950℃で1時間焼結した。焼結後、X線回折法で調べたところ、シャープなヘマタイトのピークが検出されたのみであり、マトリックスはガラス状態であった。焼結後のフレークの化学分析の結果、ヘマタイトの含有量は、約30重量%であった。透過型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、約80〜140nm大のヘマタイト微粒子が、シリカガラスマトリックス中に単分散しているのが観察された。また走査型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、表面は非常に平滑であり、厚みは約0.6ミクロンであった。

【0029】この焼結フレークをジェットミルで粉碎、分級して、平均粒径約10ミクロンとし、ビニル系樹脂（硬化後の屈折率が約1.5）中に約5重量%分散して、約0.15mm厚みのフィルムとして、分光光度計で透過率を測定したところ、波長700〜800nmの可視光透過率が、全域にわたって85%以上であり、かつ波長350nm以下の紫外線透過率が9%以下であり、可視光に対する透明性が高く、紫外線を有効に遮蔽する赤褐色フレーク状ガラスであることが確認された。

【0030】比較例-1

市販の微粒子酸化鉄（商品名：ナノタイト、昭和電工（株）製、一次粒子径40〜60nm、ヘマタイト）を、市販のペイントシェーカーを用いて、20重量%となるように0.2規定硝酸水溶液に分散させた。この懸濁液2000ml、シリコンテトラメトキシド2200ml、エタノール1000ml、2-プロパノール1000mlを混合し、40℃で約60時間養生して塗布液とした。この塗布液中の酸化鉄濃度は、実施例-1の塗布液中の酸化鉄濃度と、ほぼ同じである。

【0031】この塗布液を用いて、実施例-1と同様な方法で焼結フレークを得た。化学分析の結果、酸化鉄の含有量は、約24重量%であった。これは、塗布液中で酸化鉄微粒子が沈降したためであると見なされる。透過型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、シリカガラスマトリックス中に単分散している微粒子は少なく、数ミクロン程度の凝集体を形成しているのが観察された。また走査型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、酸化鉄凝集体がフレーク表面から外側に突出しており、その結果、フレーク表面には酸化鉄凝集体による凹凸が認められ、平滑性は悪かった。厚みは約0.6ミクロンであった。

(5)

特開平7-330361

7

8

【0032】焼結フレークをジェットミルで粉砕、分級して、平均粒径約10ミクロンとし、ビニル系樹脂（硬化後の屈折率が約1.5）中に約10重量%分散して、約0.15mm厚みのフィルムとして、分光光度計で透過率を測定したところ、波長700～800nmの可視光透過率が、50～60%であり、波長350nm以下の紫外線透過率が2%以下であった\*

\*た。すなわち、紫外線遮蔽性能は高いものの、可視光に対する透明性が高くないフレーク状ガラスであることが確認された。

【0033】実施例-2及び比較例-2

以下の配合でパウダーファンデーションを作製した。

## 成分-1

## 配合量（重量%）

実施例-1で作製した本発明のフレーク状ガラス	1.7
タルク	78.5
マイカ	9.1
酸化チタン	3.8
微粒子酸化チタン	1.9
ステアリン酸マグネシウム	2.9
黄色酸化鉄	0.8
黒色酸化鉄	0.1
シルクパウダー	0.5

【0034】

## 成分-2

## 配合量（重量%）

スクワラン	0.5
セスキオレイン酸ソルビタン	0.1

【0035】

## 成分-3

## 配合量（重量%）

香料	0.1
----	-----

成分-1をヘンシェルミキサーを用いて、5分間攪拌した。これに、70℃にて均一に溶解した成分-2を滴下しながら、攪拌混合を行った。さらに、成分-3を添加後、※30

※1分間攪拌混合し、アトマイザーにより粉砕して製品-1（実施例-2）を得た。

【0036】

## 成分-4

## 配合量（重量%）

弁柄	0.5
タルク	79.5
マイカ	9.3
酸化チタン	3.8
微粒子酸化チタン	1.9
ステアリン酸マグネシウム	2.9
黄色酸化鉄	0.8
黒色酸化鉄	0.1
シルクパウダー	0.5

【0037】成分-4をヘンシェルミキサーを用いて、5分間攪拌した。これに、70℃にて均一に溶解した成分-2を滴下しながら、攪拌混合を行った。さらに、成分-3を添加後、1分間攪拌混合し、アトマイザーにより粉砕して製品-2（比較例-2）を得た。

★【0038】これらを（女性）パネラー20名に10日間使用させ、最低点1、最高点を5点とする5段階法にて、評価した官能テストの結果を表-1に示す。

【0039】

★【表1】

表-1

項目	本発明の粉体（製品-1） （実施例-2）	比較の粉体（製品-2） （比較例-2）
----	-------------------------	------------------------

(6)		特開平7-330361
9		10
のび	4.8	1.5
つき	4.6	3.5
透明感	4.7	3.0
光沢感	4.5	2.3
色感	4.4	3.1
性能持続性	4.8	3.8

【0040】このように、本発明の化粧料は、のびやつき（付着性）が良く、透明感、光沢感が良好で、発色に優れ、色あせしにくいことが、確認された。

#### 【0041】実施例-3

シリコンテトラメトキシド2200ml、エタノール1000ml、2-プロパノール1000ml、0.05規定塩酸4400ml、鉄のアセチルアセトン塩22gを混合し、35℃で 約70時間養生して塗布液とした。この塗布液を用いて、実施例-1と同様な方法で、フレーク状ゲルを得た。このゲルを1100℃で3時間熱処理した。このフレークを、X線回折法で調べたところ、ヘマタイトのピークが検出されたのみであり、マトリックスはガラス状態であった。化学分析の結果、ヘマタイトの含有量は、約2.5重量%であった。透過型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、1~8nm大のヘマタイト微粒子が、シリカガラスマトリックス中に単分散しているのが観察された。また走査型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、表面は非常に平滑であり、厚みは約0.6 ミクロンであった。

【0042】焼結フレークをジェットミルで粉砕、分級して、平均粒径約10ミクロンとし、ビニル系樹脂（硬化後の屈折率が約1.5）中に約10重量%分散して、約0.15mm厚みのフィルムとして、分光光度計で透過率を測定したところ、波長700~800nmの可視光透過率が、全域にわたって90%以上であり、かつ波長350nm以下の紫外線透過率が5%以下であり、可視光に対する透明性が高く、紫外線を有効に遮蔽する赤褐色フレーク状ガラスであることが確認された。

#### 【0043】実施例-4

シリコンテトラメトキシド2200ml、エタノール1000ml、2-プロパノール 1000ml、0.05規定硝酸4400ml、鉄のアセチルアセトン塩3gを混合し、35℃で 約70時間養生して塗布液とした。この塗布液を用いて、実施例-1と同様な方法で、フレーク状ゲルを得た。このゲルを1200℃で5時間熱処理した。得られたフレークを、X線回折法で調べたところ、ヘマタイトのピークが検出されたのみであり、マトリックスはガラス状態であった。化学分析の結果、ヘマタイトの含有量は、約0.3重量%であった。透

過型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、1~8nm大のヘマタイト微粒子が、シリカガラスマトリックス中に単分散しているのが観察された。また走査型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、表面は非常に平滑であり、厚みは約0.6 ミクロンであった。

【0044】焼結フレークをジェットミルで粉砕、分級して、平均粒径約10ミクロンとし、ビニル系樹脂（硬化後の屈折率が約1.5）中に約20重量%分散して、約0.3mm厚みのフィルムとして、分光光度計で透過率を測定したところ、波長700~800nmの可視光透過率が、全域にわたって90%以上であり、かつ波長350nm以下の紫外線透過率が5%以下であり、可視光に対する透明性が高く、紫外線を有効に遮蔽する赤褐色フレーク状ガラスであることが確認された。

#### 【0045】比較例-3

市販の微粒子酸化鉄（商品名：ナノタイト、昭和電工（株）製、一次粒子径40~60nm、ヘマタイト）を、市販のペイントシェーカーを用いて、ビニル系樹脂（硬化後の屈折率が約1.5）中に約0.25重量%分散して、約0.15mm厚みのフィルムとして、分光光度計で透過率を測定したところ、波長700~800nmの可視光透過率が、60~70%であり、波長350nm以下の紫外線透過率が約20~25%であった。ビニル系樹脂中に約2.5重量%分散した同厚みのフィルムでは、波長700~800nmの可視光透過率が、45~55%であり、かつ波長350nm以下の紫外線透過率が5%以下であった。

【0046】すなわち、微粒子酸化鉄は、均一に分散するのが困難であり、少量添加では、紫外線遮蔽が充分でない。多量に添加した場合には、紫外線遮蔽能が向上するが、粒子凝集による隠蔽性が現れ、可視光透明性が低くなる。

#### 【0047】

【発明の効果】以上の本発明の詳細な説明及び実施例、比較例で明らかなように、本発明によれば、高い紫外線遮蔽能を有し、かつ可視光に対する透明性が高い、紫外線遮蔽剤が得られる。

【0048】また、本発明の酸化鉄微粒子分散フレーク

(7)

特開平7-330361

11

状ガラスを配合したことを特徴とする化粧料は、酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラスの可視光透明性が高く、経時的な変化もないので、色むらがなく発色性の良い安定な製品となる。また、酸化鉄微粒子分散フレーク状ガラ

12

スが、互いに凝集することなく、良好なすべり性を示すことから、伸展性（のび）が良く、使用触感に優れた製品となる。